

## Влияние отжига на дислокационную электропроводность германия

© С.А. Шевченко <sup>¶</sup>

Институт физики твердого тела Российской академии наук,  
142432 Черноголовка, Россия

(Получена 16 ноября 1999 г. Принята к печати 25 ноября 1999 г.)

Монокристаллы германия *n*-типа с концентрацией доноров  $3 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-3}$  деформировались при  $760^\circ\text{C}$  до степеней  $\delta \leq 71\%$  со скоростью  $6 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , охлаждались до комнатной температуры, а затем отжигались при  $900^\circ\text{C}$  в течение  $t \leq 20$  ч. Низкотемпературная статическая электропроводность дырок, захваченных на дислокации, по разветвленной дислокационной системе, измерялась до и после отжига деформированных образцов. Было обнаружено, что отжиг способствует увеличению дислокационной электропроводности в образцах с  $\delta < 50\%$  и уменьшению в образцах с  $\delta > 60\%$ . Избирательное травление и рентгенодифракционный анализ показали, что основным структурным отличием образцов с  $\delta > 60\%$  является присутствие рекристаллизованных областей. Влияние отжига на дислокационную электропроводность объясняется увеличением связности дислокационной системы при  $\delta < 50\%$  и ее уменьшением при  $\delta > 60\%$ .

### Введение

Поиск и изучение объектов, демонстрирующих одномерные электронные свойства и высокую электропроводность, представляют несомненный теоретический и практический интерес.

Движение носителей тока, захваченных в ядра дислокаций, под воздействием электрического поля проявляется при низких температурах в виде специфической электропроводности — в сверхвысокочастотном (СВЧ) диапазоне в германии и кремнии [1,2] и на постоянном токе — в пластически сильно деформированном германии [3,4]. Анизотропная дислокационная СВЧ электропроводность при  $T < 30$  К в образцах германия с относительно небольшой ( $N_D < 2 \times 10^7 \text{ см}^{-2}$ ) плотностью  $60^\circ$  дислокаций связывается с движением дырок (уровень Ферми в донорной дислокационной зоне  $E_1$ ) или электронов (уровень Ферми в акцепторной дислокационной зоне  $E_2$ ) вдоль прямолинейных дислокационных сегментов длиной порядка 10 мкм [4,5]. Радиус волновой функции дырочных состояний в поперечном направлении в зоне  $E_1$ , расположенной в германии на расстоянии  $\sim 0.1$  эВ выше потолка валентной зоны  $E_v$ , составляет  $\sim 1$  нм, т.е. проводящая область такого радиуса и длиной более 0.1 мкм представляет собой квазиодномерную квантовую проволочку. Согласно [6], в одномерных металлах при  $T = 0$  К рассеяние носителей тока на дефектах способствует их пространственной локализации и, как следствие, экспоненциальному уменьшению статической электропроводности при увеличении длины проводника. Электроны или дырки, движущиеся по узкой дислокационной трубке, рассеиваются на перегибах, ступеньках и других дефектах, нарушающих трансляционную симметрию вдоль ядер дислокаций в реальных кристаллах, т.е. длина продольной локализации носителей тока в ядрах дислокаций оказывается намного меньше длины отдельной дислокации. Поэтому в герма-

нии при  $T < 30$  К статическая электропроводность вдоль изолированных  $60^\circ$  дислокаций длиной более 0.1 мкм весьма низка и в экспериментах не детектировалась [1,7].

Статическая дислокационная электропроводность (ДЭ) может появиться в разветвленной системе дислокаций с многочисленными пересечениями, которые способствуют разрушению одномерной локализации носителей тока и делают возможным перенос заряда на макроскопические расстояния [8]. Такая система формируется, например, при высокотемпературной пластической деформации германия до больших степеней  $\delta$ . Дислокации расположены в основном на границах ячеек (блоков) в виде двумерных сеток, составленных из сегментов винтовых и  $60^\circ$  дислокаций длиной  $\sim 0.1$  мкм [4,9–11]. Согласно [4,12], в слабо легированном германии *n*- и *p*-типов ДЭ возникает пороговым образом при достижении некоторого значения  $\delta_0$ , при котором дислокационные сегменты оказываются связанными в единую макроскопическую сеть, и возрастает при дальнейшем увеличении  $\delta$ . При значении  $\delta^* > \delta_0$  активационный характер зависимости ДЭ от температуры исчезает и в очень широком (0.01–40 К) интервале температур она может быть описана зависимостью  $\sigma(T) \sim T^y$ . Значения  $y$ , определенные из различных экспериментов, находятся в интервале 0.08–1.5 и уменьшаются с ростом  $\delta$  [4,11,12]. При  $y < 0.2$  в области ДЭ становится измеримой эдс Холла, знак которой соответствует проводимости дырочного типа [4]. Такая эволюция специфики ДЭ при увеличении  $\delta$  связывается с переходом диэлектрик–металл, осуществленным пластической деформацией [11,12].

Большое различие значений  $\delta_0$ ,  $\delta^*$  и  $y$ , полученных в [4] и [12], может отражать разный примесный состав исходных монокристаллов или изменение самой дислокационной системы при различных условиях приготовления деформированных образцов. Вопрос о влиянии легирующих и остаточных технологических примесей на физические свойства деформированных кристаллов всегда обсуждается при изучении специфических свойств, обусловленных собственно дислокациями. В [11] были

<sup>¶</sup> Факс: 8(096) 5764111  
E-mail: shevchen@issp.ac.ru

приведены аргументы против существенного влияния примесей на ДЭ в слабо легированных образцах германия. Там же было показано, что при фиксированной степени деформации величина статической электропроводности, связанной с движением электронов по разветвленной системе квазиодномерных дислокационных сегментов, существенным образом зависит от геометрии деформируемых кристаллов германия и высокотемпературного отжига этих кристаллов после прекращения деформации. Эта зависимость объяснялась изменением степени связности дислокационной системы.

В настоящей работе исследовано влияние высокотемпературного отжига кристаллов германия, деформированных с большой скоростью, на величину и характер температурной зависимости ДЭ, связанной с движением дырок.

## Результаты эксперимента

Исследования проводились на чистых монокристаллах германия *n*-типа марки ГСД-2а с разностной концентрацией мелких химических доноров  $N_d = 3 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-3}$  и плотностью ростовых дислокаций менее  $10 \text{ см}^{-2}$ . Параллелепипеды размером  $10 \times 5 \times 2.5 \text{ мм}^3$ , ориентированные вдоль кристаллографических направлений  $[011]$ ,  $[100]$  и  $[00\bar{1}]$ , деформировались сжатием при температуре  $T_d = 760^\circ\text{C}$  вдоль направления  $[100]$  в динамическом режиме со скоростью  $v = 6 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  до степеней  $\delta = 20\text{--}71\%$ . Деформированные кристаллы охлаждались вместе с камерой для деформации до комнатной температуры и из них вырезались образцы для электрических исследований. Эти образцы отжигались в вакууме  $\sim 10^{-3} \text{ Па}$  при  $T_0 = 900^\circ\text{C}$  (температура плавления германия равна  $T_m = 937^\circ\text{C}$ ) в течение  $5 \leq t \leq 20$  ч. Детальное описание методик приготовления образцов и измерения электрических характеристик приведено в [4].

Согласно [13], после пластической деформации и отжига деформационных дефектов [14] образцы германия *n*-типа с  $N_d = 3 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-3}$  и плотностью введенных дислокаций  $N_D > 5 \times 10^6 \text{ см}^{-2}$  изменяют тип проводимости на дырочный. Проводимость образцов с  $\delta > 20\%$  ( $N_D > 10^9 \text{ см}^{-2}$ ) при  $T > 50 \text{ К}$  обусловлена свободными дырками в валентной зоне, концентрация которых экспоненциально уменьшается при понижении температуры. Это способствует проявлению при  $T < 30 \text{ К}$  статической ДЭ, связанной с движением дырок, захваченных на дислокации [4].

На рис. 1–3 приведена температурная зависимость ДЭ в трех быстро ( $v = 6 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ) деформированных образцах германия, до и после отжига разной длительностью при  $900^\circ\text{C}$ . В неотожженных образцах с  $\delta = 43, 62$  и  $71\%$  ДЭ уменьшается при понижении температуры по закону  $\sigma(T) \sim T^y$  со значениями  $y = 0.49, 0.25$  и  $0.36$  соответственно. Данные, представленные на рис. 4, позволяют сравнить значения ДЭ при  $4.2 \text{ К}$  ( $\sigma_{4.2}$ ) в быстро и медленно ( $v = 3 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ ) деформированных образцах. Значения  $\sigma_{4.2}$  для медленно деформированных

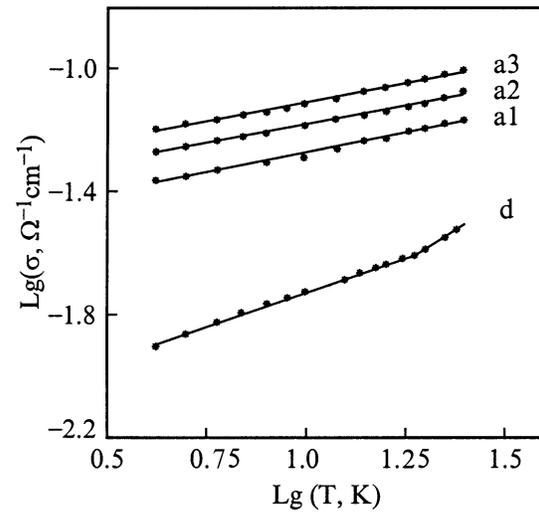


Рис. 1. Температурная зависимость дислокационной электропроводности в деформированном образце 1 ( $\delta = 43\%$ ) после деформации (*d*) и отжига при  $900^\circ\text{C}$  в течение 5 (*a1*), 12 (*a2*) и 20 (*a3*) ч.

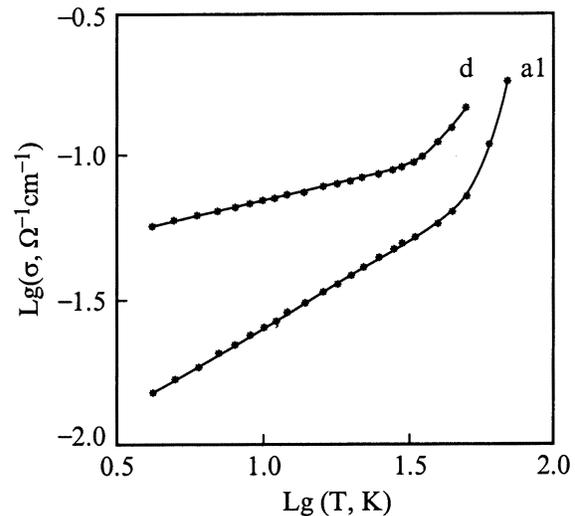
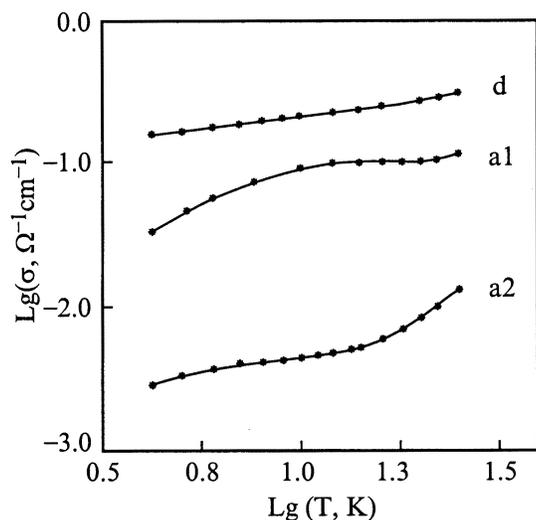


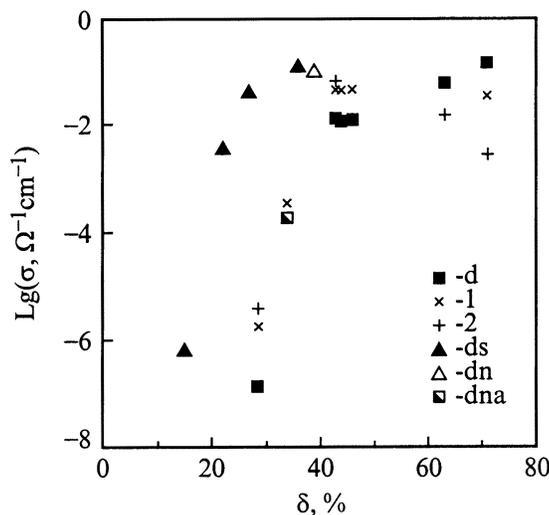
Рис. 2. Температурная зависимость дислокационной электропроводности в деформированном образце 2 ( $\delta = 62\%$ ) после деформации (*d*) и отжига при  $900^\circ\text{C}$  в течение 20 ч (*a1*).

образцов *p*-типа с разностной концентрацией мелких химических акцепторов  $N_a = 1 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-3}$  взяты из [4]. Из рис. 1–4 следует, что после деформации с большой скоростью закон  $\sigma(T) \sim T^y$  и пороговый характер кривой  $\sigma_{4.2}(\delta)$  сохраняются, но для фиксированных значений  $\delta$  величины  $\sigma_{4.2}$  существенно уменьшаются.

Из рис. 1–4 следует также, что последующий отжиг деформированных образцов при  $T_0 = 900^\circ\text{C}$  длительно до 20 ч способствует изменению величины ДЭ — увеличению в образцах с  $\delta < 50\%$  и уменьшению в образцах с  $\delta > 60\%$ . В образцах с  $\delta < 50\%$  после отжига закон  $\sigma(T) \sim T^y$  сохраняется, но значение  $y$  уменьшается (как например в образце 1 с  $\delta = 43\%$



**Рис. 3.** Температурная зависимость дислокационной электропроводности в деформированном образце 3 ( $\delta = 71\%$ ) после деформации (*d*) и отжига при  $900^\circ\text{C}$  в течение 12 (*a1*) и 20 (*a2*) ч.



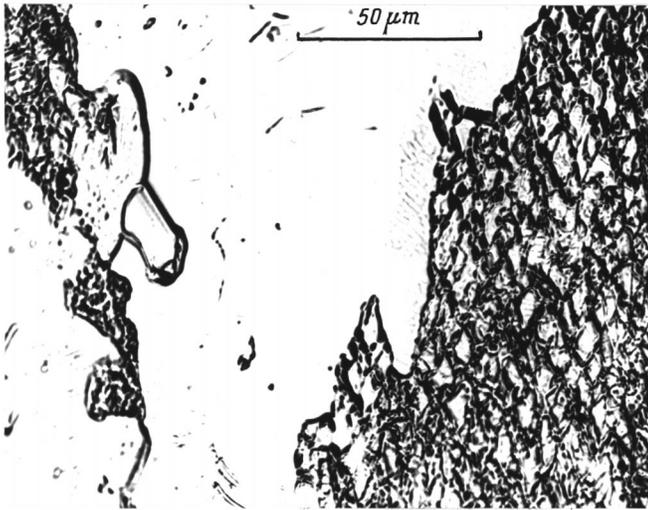
**Рис. 4.** Дислокационная электропроводность при  $4.2\text{ K}$  в образцах германия *n*-типа после деформации со скоростью  $v = 6 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  до различных степеней  $\delta$  (*d*) и последующего отжига при  $900^\circ\text{C}$  в течение 12 (*a1*) и 20 (*a2*) ч; в образце из того же слитка после деформации со скоростью  $v = 3 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$  до  $\delta = 39\%$  (*dn*); в образцах германия *p*-типа, деформированных со скоростью  $v = 3 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$ , по данным [4] (*ds*). Образец *dna* после снятия нагрузки отжигался в камере для деформации при  $900^\circ\text{C}$  в течение 1 ч.

на рис. 1). В образцах с  $\delta = 43\text{--}46\%$  после отжига величины  $\sigma_{4,2}$  возрастают до значений, близких к таковым в медленно деформированных образцах (рис. 4). В образце 2 ( $\delta = 62\%$ ) закон  $\sigma(T) \sim T^y$  выполняется до и после отжига в течение 20 ч (рис. 2), но после отжига ДЭ уменьшается, а значение  $y$  возрастает до 0.62. Из рис. 3 следует, что в интервале температур  $4.2\text{--}30\text{ K}$

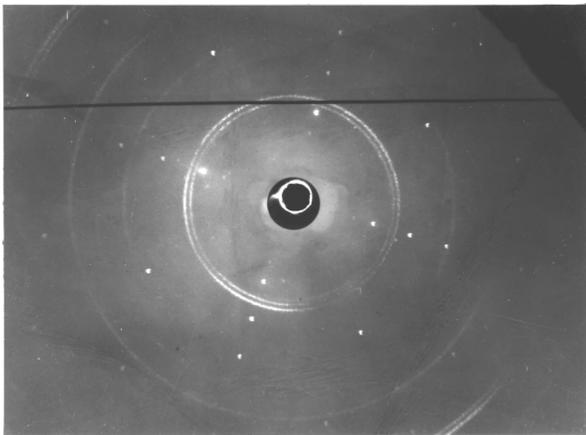
кривые *a1* и *a2* для образца 3 ( $\delta = 71\%$ ) не могут быть описаны степенным законом, т. е. высокотемпературный отжиг этого образца приводит к изменению характера зависимости  $\sigma(T)$ . Предварительные исследования показали, что подобный отжиг медленно деформированного до  $\delta = 39\%$  образца *n*-типа (рис. 4) не привел к уменьшению ДЭ.

Для выяснения причины различного влияния отжига при  $900^\circ\text{C}$  на ДЭ образцов с  $\delta < 50\%$  и  $\delta > 60\%$  были проведены дополнительные исследования. Обработка поверхности, параллельной основной плоскости скольжения  $\{111\}$ , в травителе Билика [15] позволила выявить структурные различия образцов с  $\delta < 50\%$  и  $\delta > 60\%$ . На поверхности образцов с  $\delta < 50\%$  (до и после отжига) в оптическом микроскопе видны чередующиеся темные и светлые области размером в  $1\text{--}20\text{ мкм}$ . Темные области — это дислокационные двумерные границы ячеек (структура границ разрешается методом просвечивающей электронной микроскопии), а светлые области — это ячейки, в которых плотность дислокаций значительно меньше, чем в границах. Подобная картина травления наблюдалась ранее в пластически сильно деформированных кремнии [10] и германии [11]. При увеличении  $\delta$  до  $71\%$  размер ячеек уменьшается почти до  $1\text{ мкм}$ , и они плохо разрешаются в оптическом микроскопе. После деформации образца 3 ( $\delta = 71\%$ ) на более или менее однородном фоне, который соответствует ячеистой структуре, были обнаружены светлые, слегка вытянутые участки длиной  $20\text{--}40\text{ мкм}$ , расстояние между которыми превышало  $50\text{ мкм}$ . Отжиг при  $900^\circ\text{C}$  способствует разрастанию этих областей и после 20 ч отжига на поверхности имеется несколько светлых участков длиной более  $0.1\text{ мм}$  (рис. 5). В верхней части рис. 5 видны ячейки размером  $2\text{--}10\text{ мкм}$ . В образце 2 ( $\delta = 62\%$ ) отдельные светлые области длиной  $\sim 30\text{ мкм}$  были обнаружены только после 20-часового отжига при  $900^\circ\text{C}$ . В образцах с  $\delta < 50\%$  такие области не были обнаружены ни после деформации, ни после отжига при  $900^\circ\text{C}$  в течение 20 ч. Многочисленные результаты [16,17] экспериментального изучения влияния отжига на дефектную структуру пластически сильно деформированных при  $T_d < 0.4T_m$  гранецентрированных кубических (гцк) металлов (Al, Cu и Ni) показали, что отжиг при  $T_0 > 0.6T_m$  приводит к появлению областей с более совершенной (по сравнению с деформированной матрицей) кристаллической структурой, так называемых рекристаллизованных зерен. Такие зерна могут формироваться и в процессе пластической деформации. Поскольку механизмы пластической деформации и отжига в этих металлах и в ковалентных полупроводниках имеют много общих черт [18,19], весьма вероятно, что светлые области в образце 3 представляют собой рекристаллизованные зерна.

Предположение о наличии рекристаллизованных областей в образце 3 ( $\delta = 71\%$ ) после отжига при  $900^\circ\text{C}$  подтверждается результатами рентгенодифракционного анализа. На обратной рентгенограмме (рис. 6), полученной методом Лауэ ( $\text{Cu K}_\alpha$ -излучение) после отжига при



**Рис. 5.** Изображение поверхности  $\{111\}$  в оптическом микроскопе для образца 3 после отжига при  $900^\circ\text{C}$  ( $t = 20$  ч).



**Рис. 6.** Обратная рентгенограмма для образца 3 после отжига при  $900^\circ\text{C}$  ( $t = 20$  ч).

$900^\circ\text{C}$  ( $t = 20$  ч), видны кольцевые и отдельные точечные рефлексы. Кольцевые рефлексы наблюдаются на рентгенограммах всех образцов с  $\delta > 15\%$  и состоят из большого числа мелких точек, соответствующих отражению рентгеновского излучения от некоторых плоскостей в ячейках размером  $1\text{--}20$  мкм [4]. Интенсивность этих рефлексов изменяется при изменении азимутального угла, т.е. каждое кольцо состоит из нескольких дуг. В образце с  $\delta = 46\%$  после такого же отжига кольцо состоит из одной интенсивной и двух менее интенсивных дуг протяженностью  $\sim 20^\circ$ . Протяженность дуг (диапазон углов разориентации между ячейками) увеличивается с ростом  $\delta$ , и в образце 3 (рис. 6) внутреннее кольцо оказывается почти сплошным. Отдельные точечные рефлексы на рентгенограмме для образца 3 отчетливо проявляются после отжига при  $900^\circ\text{C}$  в течение 12 и 20 ч, что коррелирует с разрастанием светлых областей (рис. 5). Поэтому можно полагать, что симметрично

расположенные отдельные точечные рефлексы на рис. 6 соответствуют отражению рентгеновского излучения от плоскости  $\{100\}$  в одном из наиболее крупных монокристаллических зерен, выросших в процессе отжига. Расположение отдельных точечных рефлексов на рентгенограммах, снятых в других местах этого образца, отличается от приведенного на рис. 6. Это связано с изменением ориентации и количества выросших зерен в этих местах. В образцах с  $\delta < 50\%$  точечные рефлексы не наблюдались ни после деформации, ни после отжига при  $900^\circ\text{C}$  ( $t = 20$  ч).

Таким образом, уменьшение величины и изменение характера температурной зависимости ДЭ в образце 3 ( $\delta = 71\%$ ) после отжига при  $900^\circ\text{C}$  коррелирует с увеличением площади рекристаллизованных зерен.

## Обсуждение

Согласно [4,11], в медленно деформированных образцах германия ДЭ не зависит от типа и концентрации легирующих примесей в исходных образцах при  $N_a, N_d < 10^{16}$  см $^{-3}$ . Хорошо известно, что в германии и кремнии остаточные технологические примеси (кислород, углерод, медь и другие) принимают активное участие в образовании различных комплексов и преципитатов. Электрически активными дефектами, образующимися при пластической деформации германия, являются атомы замещающей меди и более сложные комплексы, содержащие атомы меди и кислорода, но они исчезают после кратковременного отжига при  $\sim 700^\circ\text{C}$  вследствие преципитации меди [13,14]. Это дает основание считать, что в пластически сильно деформированных образцах при  $T < 300$  К остаточные примеси находятся в основном в связанном состоянии в виде преципитатов, концентрация которых намного меньше концентрации дислокационных состояний. Поэтому для объяснения результатов, представленных на рис. 1–4, следует проанализировать возможные изменения самой дислокационной системы. В перколяционной системе дислокационных сегментов статическая электропроводность экспоненциальным образом зависит от параметра, характеризующего связность этой системы,  $\eta$  [8]. Изложенная нами специфика формирования дислокационной структуры в пластически сильно деформированных образцах германия позволяет рассматривать изменение параметра  $\eta$  как наиболее вероятную причину влияния скорости деформации и отжига при  $900^\circ\text{C}$  на ДЭ.

В настоящее время имеются многочисленные экспериментальные доказательства существования в пластически деформированных кристаллах разнообразных пространственно неоднородных дислокационных структур (слоистых, ячеистых, полигонизованных, фрагментированных и др.) [20–22]. Согласно [22], неравномерность распределения дислокаций является результатом кинетической неустойчивости и самоорганизации, развивающихся в дислокационном ансамбле из-за взаимодействия

дислокаций друг с другом и с локальными препятствиями. Пространственно-временной масштаб и морфология формирующихся дислокационных структур зависят от внешних и внутренних физических параметров. К первым относятся скорость и температура деформации, тип нагружения, одиночное или множественное скольжение, а ко вторым — кристаллографическая структура, способность к поперечному скольжению, начальная плотность дислокаций, степень деформации и другие [21]. Так, например, одиночное скольжение способствует образованию слоистых структур, а множественное — образованию ячеистых структур. При высокой ( $T_d > 0.6T_m$ ) температуре деформации конкурируют два процесса — накопление дислокаций в кристаллах под действием приложенного напряжения в виде хаотических скоплений и перестройка этих скоплений в упорядоченные низкоэнергетические дислокационные структуры (стенки и сетки) путем скольжения и неконсервативного движения дислокаций, т.е. образование полигонизованных структур [19,21]. Ячеистая дислокационная структура, содержащая фрагменты полигонизованных структур, наблюдалась в германии и кремнии после пластической деформации при  $T_d > 0.7T_m$  до больших ( $15 < \delta < 40\%$ ) степеней со скоростью  $v \leq 2 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  [4,10]. Эта структура изучалась методом просвечивающей электронной микроскопии и представляет собой разветвленную систему дислокаций, расположенных преимущественно в малоугловых границах ячеек в виде хаотических дислокационных скоплений и двумерных сеток, причем доля регулярных фрагментов дислокационных сеток возрастает при увеличении  $\delta$ . Присутствие хаотических скоплений дислокаций проявляется, вероятно, и в радиальном размытии некоторых дуг на обратных рентгенограммах, которые соответствуют отражению рентгеновского излучения под самыми большими углами [4]. Поскольку температура и скорость деформации имеют противоположное влияние на скорость перестройки дислокационной структуры [21], степень ее упорядочения сильно зависит от скорости деформации. При большой скорости деформации процесс накопления дислокаций преобладает над процессом упорядочения и получается весьма неупорядоченная система дислокационных сегментов. При медленной деформации дислокационная система успевает понизить свою энергию и стать более упорядоченной. Поэтому можно ожидать, что в быстро деформированных образцах германия степень связности системы дислокационных сегментов ниже, чем в деформированных медленно, и бесконечный проводящий кластер образуется при более высоких значениях  $\delta$ . С этим предположением согласуется сдвиг зависимостей  $\sigma_{4,2}(\delta)$  для образцов, деформированных с разной скоростью (рис. 4). Быстро деформированные образцы характеризуются более высокими значениями  $\delta_0$ ,  $\delta^*$  и  $u$  (при фиксированных  $\delta$ ), которые оказались ближе к значениям, полученным в [12].

Согласно [16,17], высокотемпературный отжиг гцк металлов, пластически сильно деформированных при

$T_d < 0.4T_m$ , способствует уменьшению внутренней энергии, накопленной при деформации, благодаря процессам полигонизации и рекристаллизации. Полигонизация является более низкотемпературным процессом, заметно изменяющим дислокационную структуру при нагреве. Если при деформации возникла ячеистая структура и ячейки отделены друг от друга хаотическими скоплениями дислокаций, то полигонизация приводит к "сплющиванию" этих дислокационных областей и к образованию плоских двумерных малоугловых границ, разделяющих области, свободные от дислокаций. Выше отмечалось, что полигонизация может иметь место и при деформации. Из [10,19] следует, что в пластически сильно деформированных образцах кремния площадь регулярных дислокационных сеток значительно возрастает после отжига при  $T_0 > 0.7T_m$ . О релаксации внутренних напряжений, а следовательно, и об упорядочении дислокационной структуры в образцах 1–3 в процессе отжига при  $900^\circ\text{C}$  свидетельствует дублирование кольцевых рефлексов, которые соответствуют дублету  $\text{Cu } K_\alpha$  на обратных рентгенограммах (рис. 6). Все, изложенное выше, позволяет рассматривать увеличение ДЭ в образцах с  $\delta < 50\%$  после отжига при  $900^\circ\text{C}$  как следствие улучшения связности системы дислокационных сегментов. Определение численного значения параметра  $\eta$  из экспериментальных данных затруднительно, поскольку при модельном расчете статической ДЭ в [8] не были учтены особенности энергетического спектра дислокационных состояний, в частности наличие щели между донорными и акцепторными состояниями. Неизвестны также и некоторые параметры дислокационной системы.

Процесс рекристаллизации осуществляется путем формирования и движения или только движения большеугловых ( $\theta > 10^\circ$ ) границ [16,17]. Такие границы могут возникать при деформации до больших степеней вследствие накопления большой плотности дислокаций, а также в процессе высокотемпературного отжига. В последнем случае сначала формируются малоугловые границы, которые мигрируют в сторону большей объемной плотности дислокаций, присоединяя к себе новые дислокации и увеличивая тем самым угол разворота  $\theta$  между соседними ячейками. Большеугловые границы образуются в областях, где имеются градиенты углов  $\theta$  (ориентационные градиенты). Важными параметрами, влияющими на характер изменения дислокационной структуры при отжиге, являются степень и скорость деформации. Согласно [16,17], в металлах и сплавах рекристаллизация начинается только после достижения некоторой критической степени деформации  $\delta_c$ . В образцах с  $\delta < \delta_c$  при отжиге имеет место только полигонизация, которая уменьшает градиент искажений между соседними ячейками и затрудняет рекристаллизацию. С этим согласуется отсутствие рекристаллизованных зерен и увеличение ДЭ после отжига при  $900^\circ\text{C}$  в образцах германия с  $\delta < 50\%$ . При дальнейшем росте  $\delta$  неоднородный характер распределения дислокаций и других дефектов усиливается, возрастают углы

разориентации между соседними областями кристалла и появляются области с большой запасенной энергией, которые характеризуются большими ориентационными градиентами [20]. В этих местах появляются зародыши рекристаллизации, критический размер которых превышает 1 мкм [17].

С учетом изложенного выше для быстро деформированных образцов германия значение  $\delta_c$  находится в интервале 50–60%. В образце 2 ( $\delta = 62\%$ ) зародыши рекристаллизации размерами больше критических образуются, вероятно, только в процессе отжига и поэтому размер рекристаллизованных областей невелик ( $\sim 30$  мкм) даже через 20 ч отжига при 900°C. В образце 3 ( $\delta = 71\%$ ) такие области возникают уже при деформации и сильно разрастаются при последующем отжиге. Сосуществование в этом образце макроскопических областей с ячеистой структурой и крупных рекристаллизованных зерен (рис. 5) свидетельствует о неоднородности пластической деформации. Обратные рентгенограммы для этого образца характеризуются максимальным азимутальным удлинением кольцевых рефлексов, отражающим большой разброс углов разориентации, при котором существование ориентационных градиентов представляется более вероятным.

Увеличение скорости деформации усиливает неоднородный характер деформации и смещает  $\delta_c$  в сторону меньших значений [16,17]. Это означает, что в медленно деформированных образцах германия рекристаллизация могла бы иметь место при еще более высоких значениях  $\delta$ .

Образование рекристаллизованных областей в образцах с  $\delta > 60\%$  является результатом исчезновения некоторой части дислокационных сегментов и должно приводить к уменьшению связности (параметра  $\eta$ ) дислокационной системы. В отличие от медленно деформированных образцов, для которых значение  $\eta$  уменьшается при увеличении  $\delta$  [4], в образце 3 ( $\delta = 71\%$ ) после деформации значение  $\eta = 0.36$  оказалось большим, чем значение  $\eta = 0.25$  в образце 2 ( $\delta = 62\%$ ). Этот факт, а также увеличение значения  $\eta$  до 0.62 в образце 2 после отжига при 900°C ( $t = 20$  ч) можно объяснить некоторым уменьшением параметра  $\eta$  вследствие образования небольших ( $\sim 30$  мкм) рекристаллизованных областей после деформации (в образце 3) или после отжига (в образце 2). Увеличение объема рекристаллизованных областей в образце 3 при увеличении времени отжига ведет к дальнейшему уменьшению параметра  $\eta$  и величины ДЭ. Изменение характера температурной зависимости ДЭ в этом образце (рис. 3) после отжига связано, по-видимому, с вкладом рекристаллизованных областей и(или) их границ в общую проводимость кристалла.

## Заключение

Совокупность экспериментальных данных, представленных в данной работе, свидетельствует о чувствительности ДЭ к изменению дислокационной структуры при

различных условиях приготовления пластически сильно деформированных образцов германия. Предположение об улучшении связности системы дислокаций при ее упорядочении подтверждается более высокой ДЭ в медленно деформированных образцах, а также увеличением ДЭ в быстро деформированных образцах с  $\delta < 50\%$  после высокотемпературного отжига. Отсутствие рекристаллизованных областей в этих образцах позволяет пренебречь возможным вкладом проводимости по большеугловым границам. Понижение накопленной внутренней энергии в образцах с  $\delta > 60\%$  при высокотемпературном отжиге связано в основном с увеличением размеров рекристаллизованных областей, что приводит к ухудшению связности дислокационной системы и уменьшению ДЭ.

Автор выражает благодарность В.В. Кведеру, М.П. Карпову и Г.Е. Абросимовой за обсуждение представленных результатов и ценные замечания.

## Список литературы

- [1] Ю.А. Осипьян, В.И. Тальянский, С.А. Шевченко. ЖЭТФ, **72**, 1543 (1977).
- [2] V.A. Grazulis, V.V. Kveder, V.Yu. Mukhina. Phys. St. Sol. (a), **43**, 407 (1977); **44**, 107 (1977).
- [3] Ю.А. Осипьян, С.А. Шевченко. Письма ЖЭТФ, **20**, 709 (1974).
- [4] В.А. Гончаров, Ю.А. Осипьян, С.А. Шевченко. ФТТ, **29**, 1928 (1987).
- [5] V.V. Kveder, R. Labusch, Yu.A. Ossipyan. Phys. St. Sol. (a), **92**, 293 (1985).
- [6] D.J. Thouless. Phys. Rev. Lett., **39**, 1167 (1977).
- [7] R. Labusch, J.Hess. Phys. St. Sol. (a), **146**, 145 (1994).
- [8] И.А. Рыжкин. ФТТ, **20**, 3612 (1978).
- [9] H.G. Brion, P. Haasen. Phil. Mag. A, **51**, 879 (1985).
- [10] S.A. Shevchenko, Yu.A. Ossipyan, T.R. Mchedlidze, E.A. Steinman, R.A. Batto. Phys. St. Sol. (a), **146**, 745 (1994).
- [11] С.А. Шевченко. ЖЭТФ, **115**, 115 (1999).
- [12] И.В. Кляцкина, М.Л. Кожух, С.М. Рывкин, В.А. Трунов, И.С. Шлимак. ФТП, **13**, 1089 (1979).
- [13] A.I. Kolyubakin, S.A. Shevchenko. Phys. St. Sol. (a), **63**, 677 (1981).
- [14] С.А. Шевченко. ФТП, **20**, 275 (1986).
- [15] E. Billig. Proc. Roy. Soc. A, **235**, 37 (1956).
- [16] С.С. Горелик. Рекристаллизация металлов и сплавов (М., Металлургия, 1967) гл. II–V. с. 17.
- [17] F.J. Humphreys, M. Hatherly. *Recrystallization and related annealing phenomena* (Oxford, Pergamon, 1996) ch. 5–7, p. 127.
- [18] H. Siethoff, W. Schroeter. Z. Metallkde., **75**, 475 (1984).
- [19] D. Gwinner, G. Packeiser. Phil. Mag. A, **42**, 645 (1980).
- [20] В.В. Рыбин. *Большие пластические деформации и разрушение металлов* (М., Металлургия, 1986) гл. 1, с. 14.
- [21] F. Louchet. Sol. St. Phenomena, **35–36**, 57 (1994).
- [22] Г.А. Малыгин. УФН, **169**, 979 (1999).

Редактор В.В. Чалдышев

## Effect of annealing on the dislocation electroconductivity of germanium

S.A. Shevchenko

Institute of Solid State Physics,  
Russian Academy of Sciences,  
142432 Chernogolovka, Russia

**Abstract** Single crystals of *n*-type germanium with a donor concentration of  $3 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$  were deformed at  $760^\circ\text{C}$  to shear strains of  $\delta \leq 71\%$  at the shear strain rate being  $6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , cooled to room temperature and then annealed at  $900^\circ\text{C}$  for  $t \leq 20$  hours. The low temperature dc electrical conductivity of the holes trapped on dislocations in a branchy dislocation system was measured before and after annealing of the samples deformed. The annealing was found to promote an increase in electric conductivity of samples with  $\delta < 50\%$  and a decrease in samples with  $\delta > 60\%$ . The selected etching and the *x*-ray analysis showed that the presence of recrystallized regions was the main structural distinction of samples with  $\delta > 60\%$ . The effect of the annealing on the dislocation electrical conductivity is supposed to be due to the increase in the connectivity of the dislocation system at  $\delta < 50\%$  and to its decrease at  $\delta > 60\%$ .